

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-033279

(43)Date of publication of application : 09.02.1993

---

(51)Int.Cl. D21C 5/02  
D21C 9/14

---

(21)Application number : 03-210383 (71)Applicant : SANYO KOKUSAKU PULP CO LTD

(22)Date of filing : 29.07.1991 (72)Inventor : TAKAHASHI KAZUTO  
KANAI KIYOSHI

---

## (54) METHOD FOR ELIMINATING FLUORESCENCE IN WASTE PAPER

### (57)Abstract:

PURPOSE: To carry out elimination of the subject fluorescence for obtaining paper usable also in sanitary paper or food-related applications by treating a waste paper slurry with chlorine dioxide under specific conditions.

CONSTITUTION: A waste paper slurry is treated with chlorine dioxide under conditions expressed by the formula  $Y \geq 0.034.X^2 - 0.475.X + 1.599 + 0.067.Z_f$  [Y is the ratio of added chlorine dioxide (% pulp expressed in terms of available chlorine); X is pH of the waste paper slurry; Z<sub>f</sub> is the fluorescent intensity (before adding the chlorine dioxide) after disintegration] to carry out the objective elimination of the fluorescence.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.04.1993

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2116449

[Date of registration] 06.12.1996

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the fluorescence elimination approach in the used paper which has the fluorescence based on regeneration of used paper, especially fluorescent dye.

[0002]

[Description of the Prior Art] Used paper is said to have reached to 40% in the whole paper manufacture raw material as a paper manufacture raw material, and serves as an important resource with the bolt. The importance of used paper playback is increasing from the rise of the latest global bolt situation and energy cost, the environmental problem, etc. What used the fluorescent dye which makes beautiful white paper as what responded to this purpose whiter is increasing the thing beautiful especially from the demand referred to as more beautiful, and it is expected that many used paper containing this fluorescent dye in used paper is contained in the future. However, the present condition is that use this fluorescent dye for the other field of the invention, or depend for fluorescent dye content used paper on a help, and it carries out sorting removal, and uses for fields, such as this, by the usual art since the problem on health arises when the paper difficult [ of fluorescent dye / removal and fluorescence elimination ] and reproduced especially is used for fields, such as a sanitary paper or food-related.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] By the usual regeneration approach to this, removal of fluorescent dye and elimination of fluorescence were difficult, and when the paper which contains non-eliminated fluorescent dye in the paper reproduced especially is used for fields, such as a sanitary paper or food-related, there is a problem on health, and the field of the invention of playback used paper was narrowed. Furthermore, in order to increase use of used paper, it is required to depend for used paper on many helps, and to sort out it. This invention tends to eliminate fluorescence from the used paper containing fluorescent dye efficiently, and tends to save expansion of the field of the invention of playback used paper, and the time and effort of sorting.

[0004]

[Means for Solving the Problem] In order that this invention person etc. may solve technical problems, such as this, as a result of inquiring wholeheartedly, it found out that chlorine dioxide bleaching of a recycled pulp slurry which has fluorescent dye is effective, and that the chlorine dioxide appending rate to recycled pulp had correlation with very close fluorescence intensity of the pulp sheet after used paper disaggregation and pH of a used paper slurry further, and resulted in this invention. that is A diacid-ized appending rate Y pH of a used paper slurry X It is after disaggregation and is the fluorescence intensity of the pulp sheet before chlorine dioxide addition. It was referred to as Zf, relation of Y, X, and Zf was graph-ized about much data, and the empirical formula like a degree was obtained by plotting the point that the fluorescence intensity after chlorine dioxide addition is set to 0. namely, --  $Y \geq 0.034$  and X -- it studied that it was required to be in the relation between  $2-0.475-X+1.599+0.067$  and Zf. Here, the used paper slurries pH and Zf of X are the fluorescence intensity before chlorine dioxide addition of the pulp sheet after disaggregation.

[0005]

[Function] In processing usual in fluorescent dye elimination, a color fades by decolorization of a color, and washing, it can go, and difficult one can remove a color comparatively easily, if it is the usual color, but in the case of fluorescent dye, although elimination of a certain extent is accepted by the usual decolorization and washing, a small amount of fluorescent dye which remained unlike other colors is also for \*\*\*\* with the fluorescence intensity of \*\*\*\*\*. It is necessary to make such fluorescent dye elimination it not only to to decrease a color, but lose the fluorescence of the color itself. When fluorescence intensity of the pulp sheet before the chlorine dioxide addition after used paper disaggregation was set to Zf and pH of Y and a used paper slurry is set to X for a chlorine dioxide appending rate (% for available chlorine conversion and pulp) to this The molecular structure which emits fluorescence according to the processing conditions with which are satisfied of  $Y \geq 0.034$  and  $X2 - 0.475$ ,  $X + 1.599 + 0.067$ , and Zf is made to destroy, and it is considered that it can make fluorescence eliminate.,

[0006] Furthermore, if pH is near neutrality in this relational expression, fluorescence elimination is possible at the chlorine dioxide of a low addition with the sufficient effectiveness of fluorescence elimination. That is, in order to carry out fluorescence elimination efficiently, it is desirable to adjust pH to 6-8. Although elimination of fluorescence is not expectable, and fluorescence will be eliminated if the value of Y is higher than the value of equality when this relational expression and the value of Y are lower than the value of equality, in a not much too expensive value, it is thought that the problem of becoming cost quantity or COD regulation is also affected.

[0007]

[Example] Hereafter, an example explains the effectiveness of this invention. first, measurement of the fluorescence intensity of the pulp sheet after disaggregation of used paper -- used paper -- a Tappi disaggregation machine -- disaggregating -- a hand papermaking sheet -- creating -- the Suga Test Instruments Co., Ltd. make -- fluorometry equipment SC-2-XCH was used.

[0008] Water was added so that it might become 2% (it is the end to 2cmx2cm magnitude) of concentration about the used paper of the fluorescence intensity 3.0 containing example 1 fluorescent dye, and it disaggregated with the Tappi disaggregation machine. this slurry -- PH=4 -- adjusting -- this - a chlorine dioxide -- 0.45% for pulp -- in addition, it stored for 3 hours. After carrying out suction filtration of this slurry next, the handmade paper was created so that it might become basis-weight 100 g/m2 with a hand papermaker.

[0009] Water was added so that it might become 2% (it is the end to 2cmx2cm magnitude) of concentration about the used paper of the fluorescence intensity 4.0 containing example 2 fluorescent dye, and it disaggregated with the Tappi disaggregation machine. this slurry -- PH=8 -- adjusting -- this - a chlorine dioxide -- 0.20% for pulp -- in addition, it stored for 3 hours. After carrying out suction filtration of this slurry next, the handmade paper was created so that it might become basis-weight 100 g/m2 with a hand papermaker.

[0010] Water was added so that it might become 2% (it is the end to 2cmx2cm magnitude) of concentration about the used paper of the fluorescence intensity 3.0 containing example 3 fluorescent dye, and it disaggregated with the Tappi disaggregation machine. this slurry -- PH=10 -- adjusting -- this -- a chlorine dioxide -- 0.45% for pulp -- in addition, it stored for 3 hours. After carrying out suction filtration of this slurry next, the handmade paper was created so that it might become basis-weight 100 g/m2 with a hand papermaker.

[0011] Water was added so that it might become 2% (it is the end to 2cmx2cm magnitude) of concentration about the used paper of the fluorescence intensity 3.0 containing example of comparison 1 fluorescent dye, and it disaggregated with the Tappi disaggregation machine. this slurry -- PH=10 -- adjusting -- this -- a chlorine dioxide -- 0.40% for pulp -- in addition, it stored for 3 hours. After carrying out suction filtration of this slurry next, the handmade paper was created so that it might become basis-weight 100 g/m2 with a hand papermaker.

[0012] Chemical use used for example of comparison 2 usual deinking processing. Water was added so that it might become 2% (it is the end to 2cmx2cm magnitude) of concentration about the used paper of

the fluorescence intensity 3.0 containing fluorescent dye, and it disaggregated with the Tappi disaggregation machine. The hydrogen peroxide (3.0% for pulp) was added to this slurry as NaOH (2.8% for pulp), Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (3.8% for pulp), and a surfactant (0.2% for pulp) bleaching agent, and it stored for 3 hours. After carrying out suction filtration of this slurry next, the handmade paper was created so that it might become basis-weight 100 g/m<sup>2</sup> with a hand papermaker. In the handmade paper obtained by examples 1-3 and the examples 1 and 2 of a comparison, the fluorescence intensity measurement result was shown in Table 1.

[0013]

[Table 1]

表 1

試験項目	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2
古紙スラリー pH	4	8	10	10	
離解後パルプシート 蛍光強度 Z f	3	3	3	3	
二酸化塩素添加率 計算値 ※	0.444	0.176	0.450	0.450	
二酸化塩素添加率 実際添加量 Y	0.45	0.20	0.45	0.40	
蛍光強度 (手抄き紙)	0	0	0	0.25	2.5

$$\text{※ } 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Z f$$

[0014]

[Effect of the Invention] In the example (processing conditions with which are satisfied of  $Y \geq 0.034$  and  $X^2 - 0.475X + 1.599 + 0.067Zf$ ), fluorescence is completely eliminated by each to fluorescence intensity remaining in the examples 1 and 2 of a comparison, as shown in Table 1. As mentioned above, it is thought that the profits obtained in the used paper playback industry -- it becomes usable also in a sanitary paper and a food relation, and expansion of a field of the invention and the need for sorting for which it depends on a help further of it are lost since this invention can eliminate fluorescence completely efficiently -- and a used paper use relation contractor are huge, and the industrial value is very large.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-33279

(43)公開日 平成5年(1993)2月9日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
D 2 1 C	5/02	7199-3B		
	9/14	7199-3B		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21)出願番号	特願平3-210383	(71)出願人	000002347 山陽国策パルプ株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目4番5号
(22)出願日	平成3年(1991)7月29日	(72)発明者	高橋 一人 山口県岩国市飯田町2丁目8番1号 山陽 国策パルプ株式会社内
		(72)発明者	金井 清 山口県岩国市飯田町2丁目8番1号 山陽 国策パルプ株式会社内
		(74)代理人	弁理士 野間 忠夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 古紙中の蛍光の消去方法

(57)【要約】

【目的】 本発明は蛍光染料を含む古紙から蛍光染料及び蛍光を効率良く消去し、再生古紙の利用分野の拡大及び選別の手間を省こうとするものである。

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

を満足する処理条件により蛍光を発する分子構造を破壊させ、蛍光染料及び蛍光を消去する。

【構成】 古紙離解後の二酸化塩素添加前のパルプシーツの蛍光強度をZf、二酸化塩素添加率(有効塩素換算、対パルプ%)をY、古紙スラリーのpHをXとした場合、

【効果】 衛生紙、食品関係にも使用可能となり、利用分野の拡大と選別の手間を省くものである。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 古紙スラリーに対し、次式に示す条件で\*

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

ここで Y：二酸化塩素添加率（有効塩素換算対パルプ％）

X：古紙スラリーのpH

Zf：離解後のパルプシートの蛍光強度（二酸化塩素添加前）

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は古紙の再生処理、特に蛍光染料に基づく蛍光を有する古紙中の蛍光消去方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】古紙は製紙原料として製紙原料全体中の40％に達していると言われ、原木と共に重要な資源となっている。最近の世界的な原木事情、エネルギーコストの上昇、更に環境問題等からも古紙再生の重要性が増大している。中でも美しいものは、より美しくと言う要求から、この目的に応えたものとして白い紙をより白く美しくする蛍光染料を使用したものが増加しており、この蛍光染料を含有する古紙が、今後共古紙中に多く含まれて来ることが予想される。しかし、この蛍光染料は通常の処理方法では蛍光染料の除去及び蛍光消去が難しく、特に再生された紙が衛生紙或いは食品関係などの分※

二酸化添加率

古紙スラリーのpH

離解後で二酸化塩素添加前のパルプシートの蛍光強度

Y

X

Zf

とし、数多くのデータに就いてY、X、Zfの関係をグラフ化し、二酸化塩素添加後の蛍光強度が0となる点を★30

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

の関係に在ることが必要であることを究明した。ここで、Xは古紙スラリーpH、Zfは離解後のパルプシートの二酸化塩素添加前の蛍光強度である。

## 【0005】

【作用】蛍光染料消去が通常の処理では難しいのは、通常の染料であれば染料の脱色、洗浄により色が褪せて行き比較的容易に色を取り除くことができるが、蛍光染料の場合は、通常の脱色、洗浄により或る程度の消去は認☆

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

を満足する処理条件により蛍光を発する分子構造を破壊させ、蛍光を消去させることができるものと考えられる。

【0006】更にこの関係式では、pHが中性付近であれば蛍光消去の効率が良く低添加量の二酸化塩素で蛍光消去が可能である。つまり、効率良く蛍光消去するためにはpHを6～8に調整することが望ましい。この関係式、Yの値が等式の値より低い場合は、蛍光の消去は期待できず、またYの値が等式の値より高ければ蛍光は消去されるが、余り高過ぎる値では、コスト高になるばか◆50

\*二酸化塩素処理することを特徴とする古紙中の蛍光を消去する方法。

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

※野に使用される場合には健康上の問題が生じるため、それ以外の利用分野に使用するか、或いは蛍光染料含有古紙を人手に頼って選別除去して之等の分野に用いているのが現状である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】之迄の通常の再生処理

10 方法では、蛍光染料の除去及び蛍光の消去が難しく、特に再生された紙に未消去の蛍光染料を含む紙が衛生紙或いは食品関係などの分野に使用される場合健康上の問題があり、再生古紙の利用分野を狭くしていた。更に古紙の利用を増すためには、古紙を多くの人手に頼って選別することが必要である。本発明は蛍光染料を含む古紙から蛍光を効率良く消去し、再生古紙の利用分野の拡大及び選別の手間を省こうとするものである。

## 【0004】

20 【課題を解決するための手段】本発明者等は之等の課題を解決するため鋭意研究した結果、蛍光染料を有する古紙パルプスラリーの二酸化塩素漂白が有効であること、更に古紙パルプに対する二酸化塩素添加率は古紙離解後のパルプシートの蛍光強度と古紙スラリーのpHとが極めて密接な相関を有することを見出して本発明に至った。即ち、

★プロットすることにより次の如き実験式を得た。即ち

☆められるが、他の染料と異なり、残った少量の蛍光染料でも可成りの蛍光強度を持ってうためである。このような蛍光染料消去には染料を減少させるだけでなく染料自体の蛍光を失わせる必要がある。之に対して、古紙離解後の二酸化塩素添加前のパルプシートの蛍光強度をZf、二酸化塩素添加率（有効塩素換算、対パルプ％）をY、古紙スラリーのpHをXとした場合、

◆りかCOD規制の問題にも影響を与えると思われる。

## 【0007】

【実施例】以下、本発明の効果を実施例によって説明する。まず、古紙の離解後のパルプシートの蛍光強度の測定は、古紙をTappi離解機で離解し、手抄きシートを作成し、スガ試験機株式会社製蛍光測定装置SC-2-XCHを使用した。

## 【0008】実施例1

蛍光染料を含む蛍光強度3.0の古紙を（2cm×2cmの大きさに切り）濃度2％となるように水を加え、T

appi 離解機により離解した。このスラリーをPH=4に調整し、之に二酸化塩素を対パルプ0.45%加え3時間貯留した。次ぎにこのスラリーを吸引濾過した後、手抄き機で坪量100g/m<sup>2</sup>となるように手抄き紙を作成した。

#### 【0009】実施例2

蛍光染料を含む蛍光強度4.0の古紙を(2cm×2cmの大きさに切り)濃度2%となるように水を加え、Tappi 離解機により離解した。このスラリーをPH=8に調整し、之に二酸化塩素を対パルプ0.20%加え3時間貯留した。次ぎにこのスラリーを吸引濾過した後、手抄き機で坪量100g/m<sup>2</sup>となるように手抄き紙を作成した。

#### 【0010】実施例3

蛍光染料を含む蛍光強度3.0の古紙を(2cm×2cmの大きさに切り)濃度2%となるように水を加え、Tappi 離解機により離解した。このスラリーをPH=10に調整し、之に二酸化塩素を対パルプ0.45%加え3時間貯留した。次ぎにこのスラリーを吸引濾過した後、手抄き機で坪量100g/m<sup>2</sup>となるように手抄き紙を作成した。

#### 【0011】比較例1

表1

試験項目	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2
古紙スラリー pH	4	8	10	10	
離解後パルプシート 蛍光強度 Zf	3	3	3	3	
二酸化塩素添加率 計算値 ※	0.444	0.176	0.450	0.450	
二酸化塩素添加率 実際添加量 Y	0.45	0.20	0.45	0.40	
蛍光強度 (手抄き紙)	0	0	0	0.25	2.5

$$\text{※ } 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

#### 【0014】

【発明の効果】表1に示すように比較例1, 2では蛍光強度が残っているのに対し、実施例(Y $\geq$ 0.034 $\cdot$ X<sup>2</sup>-0.475 $\cdot$ X+1.599+0.067 $\cdot$ Zfを満たす処理条件)では何れも蛍光が完全に消去されている。以上のように本発明は蛍光を効率良く完全に消去す※

\* 蛍光染料を含む蛍光強度3.0の古紙を(2cm×2cmの大きさに切り)濃度2%となるように水を加え、Tappi 離解機により離解した。このスラリーをPH=10に調整し、之に二酸化塩素を対パルプ0.40%加え3時間貯留した。次ぎにこのスラリーを吸引濾過した後、手抄き機で坪量100g/m<sup>2</sup>となるように手抄き紙を作成した。

#### 【0012】比較例2

通常の脱墨処理に使用する薬品使用。蛍光染料を含む蛍光強度3.0の古紙を(2cm×2cmの大きさに切り)濃度2%となるように水を加え、Tappi 離解機により離解した。このスラリーにNaOH(対パルプ2.8%)、Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>(対パルプ3.8%)、界面活性剤(対パルプ0.2%)漂白剤として過酸化水素(対パルプ3.0%)を加え3時間貯留した。次ぎにこのスラリーを吸引濾過した後、手抄き機で坪量100g/m<sup>2</sup>となるように手抄き紙を作成した。実施例1~3、比較例1, 2により得られた手抄き紙に於いて、その蛍光強度測定結果を表1に示した。

#### 【0013】

【表1】

\*

※ ことができるため、衛生紙、食品関係にも使用可能となり、利用分野の拡大、更に人手に頼っての選別の必要が無くなる等、古紙再生業界及び古紙利用関係業者に於いて得られる利益は膨大と考えられその工業的価値は極めて大きい。

## 【手続補正書】

【提出日】平成3年10月18日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者等は之等の課題を解決するため鋭意研究した結果、蛍光染料を有する古紙パルプスラリーの二酸化塩素漂白が有効であること、更に古紙パルプに対する二酸化塩素添加率は古紙離解後のパルプシートの蛍光強度と古紙スラリーのpHとが極めて密接な相関を有することを見出して本発明に至った。即ち、

二酸化塩素添加率	Y
古紙スラリーのpH	X
離解後で二酸化塩素添加前のパルプシートの蛍光強度	Zf

とし、数多くのデータに就いてY, X, Zfの関係をグラフ化し、二酸化塩素添加後の蛍光強度が0となる点を

$$Y \geq 0.034 \cdot X^2 - 0.475 \cdot X + 1.599 + 0.067 \cdot Zf$$

の関係に在ることが必要であることを究明した。ここで、Xは古紙スラリーpH、Zfは離解後のパルプシートの二酸化塩素添加前の蛍光強度である。